
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama
Sidang Akademik 2005/2006

November 2005

KAT 347 – Kaedah Elektroanalisis

Masa: 3 jam

Sila pastikan kertas peperiksaan ini mengandungi ENAM muka surat yang bercetak sebelum anda memulakan peperiksaan ini.

Jawab **LIMA** soalan daripada 7 soalan yang diberikan.

Jika calon menjawab lebih daripada lima soalan, hanya lima soalan pertama mengikut susunan dalam skrip jawapan akan diberi markah.

1. (a) Apakah kesan terhadap suatu elektrod kaca biasa jika komposisi kaca ditukar daripada $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ kepada $\text{Li}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$?
(4 markah)
- (b) Senaraikan tiga faktor yang mempengaruhi kejituan penyukatan pH?
(3 markah)
- (c) Mengapakah argentum sulfida lebih sesuai berbanding argentum klorida sebagai membran elektrod pemilih ion argentum?
(5 markah)
- (d) Suatu elektrod pemilih ion fluorida digunakan untuk penentuan kepekatan F^- dalam secawan air teh. Elektrod memberikan bacaan 98 mV dalam campuran 25 mL teh dan 25 mL TISAB*. Bila 2.0 mL 100 ppm F^- ditambah ke dalam campuran keupayaan menurun kepada 73 mV. Kirakan kepekatan F^- dalam air teh tersebut.
(* Penimbal pelarasan ion keseluruhan)
(8 markah)
2. (a) Dengan ringkas apakah yang dimaksudkan dengan pekali kepilihan, $K_{A,B}^{\text{pot}}$ suatu elektrod pemilih ion.
(5 markah)
- (b) Nyatakan cara terbaik penentuan, $K_{A,B}^{\text{pot}}$, suatu elektrod pemilih kation yang diganggu oleh H^+ .
(5 markah)
- (c) Kejadian 'hanyut' adalah suatu kelemahan elektrod pemilih ion yang diperbuat daripada penukar ion dan pembawa neutral. Apakah fenomena ini berlaku sama ada pada kepekatan ion analit tinggi atau kepekatan ion ganggu tinggi? Jelaskan.
(5 markah)

- (d) Yang manakah di antara ion-ion berikut yang berkemungkinan mengganggu penentuan kalium dalam serum darah menggunakan elektrod pemilih ion kalium berasaskan valinomisin;

$$\text{Na}^+, K_{K, \text{Na}}^{\text{pot}} = 10^{-4}$$

$$\text{Li}^+, K_{K, \text{Li}}^{\text{pot}} = 10^{-4}$$

$$\text{Na}_4^+, K_{K, \text{NH}_4}^{\text{pot}} = 10^{-2}$$

$$\text{Ca}^{2+}, K_{K, \text{Ca}}^{\text{pot}} = 10^{-5}$$

$$\text{Cs}^+, K_{K, \text{Cs}}^{\text{pot}} = 10^{-1}$$

$$\text{Mg}^{2+}, K_{K, \text{Mg}}^{\text{pot}} = 10^{-5}$$

$$\text{Rb}^+, K_{K, \text{Rb}}^{\text{pot}} = 5$$

Berikan alasan anda.

(5 markah)

3. (a) Apakah yang dimaksudkan dengan arus maksimum dalam polarografi dc? Lakarkan polarogram yang sesuai. Bagaimanakah puncak gangguan ini boleh diminimumkan?

(6 markah)

- (b) Lakarkan kelok I/E suatu polarogram yang anda jangka bagi suatu proses elektrod berbalik dan tak berbalik dan jelaskan kadar pemindahan elektron dan jisim yang berlaku.

(7 markah)

- (c) Apakah faktor utama yang menentukan had pengesanan dalam polarografi dc? Bagaimanakah polarografi termaju direka bagi mengatasi faktor ini?

(5 markah)

- (d) Tuliskan dua 'kata kunci' yang merupakan faktor menghad kepekaan polarografi dc.

(2 markah)

4. (a) Apakah maksud arus pengecasan (bukan Faraday)?
(3 markah).
- (b) Jelaskan mengapa dalam analisis voltammetri suatu sampel yang tidak dikacau menghasilkan kebolehulangan data yang lebih baik berbanding dengan yang dikacau. Apakah bentuk elektrod yang digunakan sekiranya pengacauan perlu?
(5 markah)
- (c) Dengan ringkas bezakan,
(i) sel elektrokimia dan sel elektrolisis.
(ii) lapisan ganda dua dan lapisan susutan.
(4 markah)
- (d) Dengan melakarkan plot yang sesuai, jelaskan samada data dalam jadual berikut adalah daripada suatu proses elektrod yang berbalik atau sebaliknya.

E vs E_{RE} (V)	- 0.419	- 0.451	- 0.491	- 0.519	- 0.561
I (μ A)	0.31	0.62	1.24	1.86	2.48

Tindak balas ialah $O + 2e^- \rightarrow R$

$I_d = 3.10 \mu$ A, suhu 25° C

(8 markah)

5. (a) Dengan satu ayat nyatakan mengapa voltammetri pelucutan adalah yang paling peka di antara kaedah voltammetri yang ada.
(3 markah)
- (b) Dalam suatu sampel elektrolit Fe(III) menghasilkan dua gelombang katod polarografi dc. Di atas dataran teratas gelombang mana keupayaan pengendapan dipilih bagi analisis voltammetri pelucutan anod Fe(III) ? Sertakan gambarajah dalam jawapan anda.
(4 markah)

- (c) Mengapakah Fe(II) dan Fe(III) dalam elektrolit soalan 5(b) tidak boleh dibezakan oleh teknik voltammetri pelucutan? Apakah teknik polarografi lain yang lebih sesuai?

(5 markah)

- (d) Suatu sampel efluen air laut telah dibahagikan kepada dua 20.0 mL alikuot. Satu daripadanya dilakukan analisis voltammetri pelucutan anod. Proses pengendapan ialah pada keupayaan -0.8 V dan masa selama 10 minit. Satu puncak pelucutan anod, ketinggian 24.6 unit, menunjukkan kehadiran kadmium. Kepada alikuot yang lagi satu ditambahkan 0.1 mL 5×10^{-6} M Cd^{2+} . Ini menghasilkan puncak pelucutan anod setinggi 39.8 unit pada keadaan sama. Kira kepekatan kadmium (dalam ppb) dalam efluen air laut tersebut.
(JAR Cd = 112.4)

(8 markah)

6. (a) Jelaskan mengapa kaedah polarografi yang menggunakan elektrod titisan merkuri tergantung lebih 'inferior' berbanding dengan yang menggunakan elektrod lapisan nipis merkuri.

(6 markah)

- (b) Voltammogram berkitar yang dihasilkan dalam suatu analisis voltammetri bolehlah disamakan dengan spektrum yang dihasilkan dalam analisis spektroskopi. Sila komen kenyataan ini.

(6 markah)

- (c) Berikut ialah bacaan keupayaan beberapa larutan piawai Ca^{2+} bagi tentukan suatu elektrod pemilih ion kalsium pada 25 °C. Dengan menggunakan kertas graf semilog kirakan kepekatan Ca^{2+} dalam suatu larutan sampel cecair tubuh (S) yang disukat menggunakan elektrod tersebut pada masa dan keadaan yang sama. Apakah plot graf mematuhi Nernst? Mengapa?

$[\text{Ca}^{2+}] / \text{M}$	1×10^{-4}	5×10^{-4}	1×10^{-3}	5×10^{-3}	1×10^{-2}	S
E / mV	-2	+16	+25	+43	+51	+33

(8 markah)

7. (a) Apakah yang dimaksudkan dengan voltammetri pelucutan jerapan katod? Mengapakah ianya lebih 'superior' berbanding dengan voltammetri pelucutan anod?

(7 markah)

- (b) Cadangkan jenis teknik pelucutan dan juga jenis elektrod merkuri yang sesuai bagi masing-masing analisis di bawah,

- (i) Stibium dalam muka tembakan.
- (ii) Kromium dalam tanah.
- (iii) Iodida dalam air laut.
- (iv) Plumbum dalam darah.
- (v) Ferum dalam minuman keras.

(5 markah)

- (c) Suatu elektrod pemilih ion Ca telah diuji kepilihannya terhadap ion Mg menggunakan kaedah larutan terpisah. Berikut ialah data yang dihasilkan pada keadaan yang sama ;

		Kepekatan/ M				
		10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}
Keupayaan / mV	Ca	50	50	75	100	130
	Mg	23	25	35	50	70

Kirakan nilai $K_{Ca, Mg}^{pot}$ dan berikan ulasan terhadap nilai yang didapati.

(8 markah)